

ICS

备案号:

Q/TYH

铁岭远能化工有限公司企业标准

Q/TYH 13—2006

水处理剂 乙醛肟

Water treatment chemical - Acetone oxime

2006-06-01 发布

2006-06-01 实施

铁岭远能化工有限公司 发布

目 次

前 言	II
引 言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 技术要求	1
3.1 外观	2
3.2 技术指标	2
4 试验方法	2
4.1 外观检定:	2
4.2 乙醛肟含量测定 (容量法)	2
4.2.1 原理	2
4.2.2 试剂和仪器	2
4.2.3 测定步骤	2
4.2.4 分析结果表述	2
4.2.5 允许差	3
4.3 乙醛肟纯度的测定 (气相色谱法)	3
4.3.1 方法提要	3
4.3.2 试剂和材料	3
4.3.3 仪器、设备	3
4.3.4 仪器操作条件	3
4.3.5 分析步骤	4
4.3.6 分析结果的表述	4
4.3.7 允许差	4
4.4 色度的测定	4
4.5 pH 的测定	4
4.6 氯离子和硫酸根离子的检定	4
4.6.1 氯离子的检定	4
4.6.2 硫酸根离子的检定	4
5 检验规则	4
6 标志、标签、包装、运输及贮存。	5
表 1 水处理剂 乙醛肟技术指标	2

前 言

本标准中的企业商品代号由本企业制定，商品代号：TLYN-1402。

本标准由铁岭远能化工有限公司提出。

本标准由铁岭远能化工有限公司归口。

本标准由铁岭远能化工有限公司起草。

本标准主要起草人：赵玉桦、张伟、秦铁军、张海燕、王海静。

引 言

在水处理剂 乙醛肟无国家标准、行业标准的情况下，以及对企业的标准化的要求，适应市场规范，制定本企业标准。水处理剂 乙醛肟主要用于工业锅炉给水作为除氧剂和锅炉停用保护剂，比传统除氧剂具有用量少、除氧效率高、无环境污染等特点，是取代联氨等传统锅炉给水除氧剂的理想产品。

本标准依据GB/T 1.1-2001《标准化工作导则—第1部分：标准的结构和编写规则》而制定。

水处理剂 乙醛肟

Water treatment chemical-Acetaldehyde oxime

1 范围

本标准规定了水处理剂 乙醛肟的技术要求、试验方法、检验规则、包装、标志、贮运等。

本标准适用于由拉西法合成硫酸羟胺并最终合成肟类的水处理剂乙醛肟,该产品主要用于工业锅炉内给水化学除氧剂和锅炉停用保护剂,乙醛肟 [分子式: CH_3CHNOH ; 分子量: 59.07 (按1995年国际相对原子量)]。具体使用说明情况见附录A(资料性附录)。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

- GB 190-1990 危险货物包装标志
- GB/T 601-2002 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
- GB/T 602-2002 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603-2002 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备 (neq ISO 6353-1: 1982)
- GB/T 611 化学试剂 密度测定通用方法
- GB 1250 极限数值的表示方法和判定方法
- GB/T 2366-1986 化工产品中水分含量的测定 气相色谱法
- GB/T 3049 化工产品中铁含量测定的通用方法 邻菲罗啉分光光度法
- GB/T 3143-1982 液体化学产品颜色测定法
- GB/T 6678 化工产品采样总则(neq ASTM E300)
- GB/T 6680 液体化工产品采样通则 (neq ISO/DIS 8213)
- GB/T 6682-1992 分析实验室用水规格的试验方法
- GB/T 9722 化学试剂 气相色谱法通则
- GB/T 11934-1989 水源水中乙醛、丙烯醛卫生检验标准方法 气相色谱法

3 技术要求

3.1 外观：本品无色或淡黄色液体。

3.2 技术指标：水处理剂 乙醛肟应符合表 1 要求。

表 1 水处理剂 乙醛肟技术指标

项目名称	指 标
乙醛肟含量 %	33-35
乙醛肟除水后纯度 %	≥ 99
pH	8-9
氯离子、硫酸根含量检测	无
色度	≤ 8号
铁离子	≤ 1 mg/L
乙醛含量 %	≤ 0.01

4 试验方法

4.1 外观检定：

目 测

4.2 乙醛肟含量测定（容量法）

4.2.1 原理

乙醛肟在酸性条件下水解生成具有还原性的硫酸羟胺，与硫酸铁铵按一定比例反应，然后用高锰酸钾溶液定量滴定生成的二价铁离子。

4.2.2 试剂和仪器

4.2.2.1 硫酸铁铵 AR

4.2.2.2 硫酸 AR

4.2.2.3 高锰酸钾 $C(1/5KMnO_4)=0.1mol/L$

4.2.2.4 恒温水浴锅：控温精度 $\pm 1^\circ C$

4.2.3 测定步骤

称取样品 1.5 克，放入已加有大约 200mL 蒸馏水的 250mL 容量瓶中，稀释至刻度，混匀。移取 25mL 容量瓶中的试样入 250ml 磨口锥形瓶中，加入 2mol/L 的 H_2SO_4 20ml 放入恒温水浴锅中($90^\circ C \pm 1^\circ C$)，恒温回流 30 分钟，取出冷却至室温，然后加 10ml 4mol/L H_2SO_4 ，加 25% 的硫酸铁铵 20ml，在电炉上煮沸 5 分钟，取下迅速冷却，加 50mL 蒸馏水，然后用 0.1 mol/L 的 $KMnO_4$ 标液滴定至粉红色为终点。同时做空白试验。

4.2.4 分析结果表述

以质量百分数表示的乙醛肟含量 (x_1), 按 (1) 式计算:

$$X_1 = \frac{(V - V_0) \times C \times 0.02954}{G \times (25/250)} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: V_0 ——空白实验时消耗高锰酸钾标准滴定溶液的体积的数值, ml;
 V ——测定样品时消耗高锰酸钾标准滴定溶液的体积的数值, ml;
 C ——高锰酸钾标准滴定溶液的物质的量浓度的数值, mol/L;
 G ——试样的质量, g;

4.2.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果, 平行测定结果的绝对差值不大于 0.05%。

4.3 乙醛肟纯度的测定 (气相色谱法)

4.3.1 方法提要

试样经汽化后通过色谱柱, 使乙醛肟与其它有机组分分离, 用带有火焰的离子化检测器加以检测, 乙醛肟的质量分数用面积归一法进行积分。

4.3.2 试剂和材料

4.3.2.1 氮气: 纯度不小于 99.99%

4.3.2.2 氢气: 纯度不小于 99.99%

4.3.2.3 空气: 压缩净化处理

4.3.3 仪器、设备

4.3.3.1 色谱柱: 配有 FID 检测器, 灵敏度及稳定性符合 GB/T9722 中有关规定的任何型号气相色谱仪。

4.3.3.2 色谱柱: PEG-20M 0.5mm×30m

4.3.3.3 进样器: 微量注射器, 1ul

4.3.4 仪器操作条件

柱温(程序升温)	120℃
汽化室温度	200℃
检测室温度	200℃
进样量	0.2 ul
分流比	1/200
尾吹	30ml/min
氮气流速	4ml/min
空气流速	350ml/min
氢气流速	35ml/min

色谱柱及色谱操作条件可作适当变动,应得到合适的分离度。

4.3.5 分析步骤

仪器操作按照使用说明书进行,操作条件按第五点进行,待仪器基线稳定后,用微量注射器进样,测量各组分峰面积。

4.3.6 分析结果的表述

分析结果由色谱仪所带工作站 GC Solution 进行处理。

4.3.7 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定的绝对差值不大于 0.05%。

4.4 色度的测定

色度测试方法按GB/T3143相关内容执行。

4.5 pH 的测定

将该试液倒入烧杯中,精密pH试纸来测定试样溶液pH值。

4.6 氯离子和硫酸根离子的检定

4.6.1 氯离子的检定

用减量法称取乙醛肟试样4g,用20ml水完全溶解,用移液管移取AgNO₃(10%)溶液5mL,放入试样溶液中,看是否出现白色沉淀物,若有,则说明试样中含氯离子,没有沉淀则不含。

4.6.2 硫酸根离子的检定

用减量法称取乙醛肟试样4g,用20ml水完全溶解,用移液管移取BaCl₂(10%)溶液5mL,放入试样溶液中,看是否出现白色沉淀物,若有,则说明试样中含硫酸根离子,没有沉淀则不含。

4.7 铁离子的测定

按GB/T3049相关内容执行。

4.8 乙醛含量的测定(气相色谱法)

按GB/T 11934相关内容执行。

5 检验规则

5.1 本标准规定的外观、乙醛肟含量、pH、氯离子和硫酸根离子含量等指标项目为出厂检验项目,乙醛肟(除水纯度)、铁离子含量、乙醛含量等项目为型式检验项目(型式检验:①新产品试制鉴定时;②工艺、原材料配方改变时;③停产半年以上再生产时;④正常生产每年进行一次),而应由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定逐批检验。生产厂应保证所有出厂新产品都符合本标准的要求。产品标签内容包括:生产厂名称、产品名称、产品等级、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明的本标准编号。

5.2 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的产品在一周内进行验收。按 GB/T 6678 中 6.6 的规定，确定采样单元数。对于桶包装容器按 GB6680-86 中 A2.1.1 玻璃制成或塑料制成采样管规定。每批取样量不得少于 100g，分装于两个干燥、清洁、磨口的玻璃瓶中，瓶上贴标签，注明：生产厂、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶供检验用，另一瓶保存六个月备查。

5.3 检验结果中如有一项指标不符合本标准要求时，应重新自两倍量的包装单元中采样核验。核验结果有一项不符合本标准要求时，整批新产品不能验收。

5.4 采用 GB/T 1250 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合要求。

5.5 当供需双方对产品质量发生异议时，按照《中华人民共和国质量法》或《全国产品质量仲裁检验暂行办法》的规定办理。

6 标志、标签、包装、运输及贮存。

6.1 水处理剂 乙醛肟的采用聚乙烯塑料桶包装，外部贴有牢固的产品标签，内容包括：生产厂名、产品名称、商标、批号或生产日期、净重、厂址等内容。

6.2 每批出厂的水处理剂乙醛肟应附有质量合格证明，内容包括：生产厂名、产品名称、商标、批号或生产日期、净重、产品质量符合本标准的证明及本标准编号。

6.3 本产品每桶产品总净重25kg，也可依照用户特殊要求进行特殊包装。

6.4 产品搬运时，应小心轻放，运输时，防止猛烈撞击，避免桶口破裂。同时应防止雨淋、日晒并备有遮篷，不可同强氧化剂混放一起，本产品应贮存于干燥、通风良好的库房内。

6.5 水处理剂 乙醛肟的贮存期为一年。